تأثیر عملیات حرارتی انحلال بر رفتار رسوبات γ' و میکروسختی در نواحی مغزدندریت و بین دندریت سوپرآلیاژ ریختگی GTD-111*

سارا جعفرپور[۱]   علیرضا مشرقی[۲]   مسعود مصلایی پور[۳]   مهدی کلانتر[٤]

چکیده

در این تحقیق روند انحلال رسوبات γ' در سوپرآلیاژ ریختگی GTD-111 بررسی شد. بدین منظور، عملیات انحلال در محدودهٔ دمای ℃۱۱۰۰ تا ℃۱۲۳۰ در ٤زمان مختلف، با هدف تعیین اثر دما و زمان انحلال بر رفتار انحلال رسوب های γ' در نواحی بین دندریت و مغزدندریت بر روی نمونه‌های تهیه‌شده از شمش یادشده انجام شد. ریزساختار نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی SEM و FESEM مطالعه شد. بررسی‌های کمی تصاویر میکروسکوپی نشان داد انحلال کامل رسوب‌های γ' اولیه در شرایط ℃/٤۰min ۱۲۳۰ در نواحی بین دندریت و در شرایط ℃/۱۲۰min ۱۱۸۰ در مغزدندریت رخ داده است. بررسی میکروسختی نمونه‌ها نیز در ناحیهٔ مغزدندریت و بین دندریت نشان داد که میکروسختی در این نواحی متناسب با افزایش دما تغییر نمی‌کند، بیشترین و کمترین مقدار سختی به‌ترتیب در دمای ℃۱۲۰۰ و ℃۱۱۲۰ در هردو ناحیه به‌دست آمده است.

واژه های کلیدی سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111، دمای انحلال، رسوبات γ'، میکروسختی.

Influence of the solution heat treatment on the behavior of γ′ precipitates and microhardness of dendrite core and inter-dendritic regions of cast superalloy GTD-111.

S. Jaffarpoor   A.R. Mashreghi   M. Mosallaee poor   M. Kalantar

Abstract

In this research, the process of dissolution of γ′ precipitates in GTD-111 casting superalloy was investigated. For this purpose, the dissolution operation was carried out at a temperature of 1100°C to 1230°C in 4 different times on samples prepared from the ingot with the aim of determining the effect of temperature and time on the behavior of the dissolution of the γ′ precipitates in the dendrite core and inter-dendritic regions. The microstructure of the samples was studied using the SEM and FESEM electron microscopes. Quantitative studies of microscopic images showed that complete dissolution of the initial γ′ precipitates occurred at 1230°C/40min for dendrite core regions and 1180°C/120min in the inter-dendritic regions. Investigating the micro-hardness of samples in the dendrite core and inter-dendritic regions of the specimens showed that the microhardness in these regions does not change with increasing temperature. Also the highest and lowest hardness was obtained at 1200℃ and 1120℃ in both regions respectively.

Key Words Superalloy Ni-base GTD-111, Solution Temperature, γ′ Precipitate, Microhardness.

* تاریخ دریافت مقاله ۹۷/٤/۱۰ و تاریخ پذیرش آن ۹۸/٦/۱۳ می‌باشد.

(۱) کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

(۲) نویسنده مسئول، دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

(۳) دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

(٤) دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

Email: amashreghi@yazd.ac.ir

DOI:10.22067/ma.v32i1.73854

مقدمه

کار در دمای بالا، در بسیاری از بخش‌های مهم صنعت از قبیل تولید و فراوری مواد، مهندسی شیمی، تولید برق، حمل‌ونقل و هوافضا اهمیتی ویژه دارد؛ بنابراین قابلیت انجام کار در دمای بالا یک عامل حیاتی در رقابت‌پذیری صنعتی است [1]. هنگامی‌که مقاومت درخورتوجهی در شرایط بارگذاری استاتیکی و دینامیکی در دمای بالا نیاز است، سوپرآلیاژهای پایه نیکل به‌عنوان مواد انتخابی برای این منظور از اهمیت زیادی برخوردار می‌شوند [2-4].

افزایش دمای کاری توربین‌های گازی به‌دلیل بهبود راندمان آن‌ها، استفاده از آلیاژهای مقاوم به حرارت را اجتناب‌ناپذیر کرده است. ازجمله قطعاتی که در دمای بالا سرویس‌دهی می‌کنند، پره‌های توربین‌ها هستند که از جنس سوپرآلیاژهای پایه نیکل، نیکل آهن یا کبالت هستند. ازجمله معروف‌ترین آلیاژهای پایه نیکل که برای ساخت پره‌های تک‌کریستال نیز استفاده می‌شود، سوپرآلیاژ GTD-111 است. این آلیاژ به‌وسیله رسوب فاز γ' با ترکیب $Ni_3(Al,Ti)$ که یک فاز هم‌سیما در زمینهٔ فاز گاما (γ) غنی از Ni است، رسوب سخت می‌شود. ریزساختار این آلیاژها شامل مجموعه‌ای از فازهای زمینه (γ)، فاز استحکام‌بخش گاماپرایم (γ')، کاربیدها و فاز یوتکتیک γ/γ' است که وجود هر یک از این فازها برای رسیدن به خواص مطلوب ضروری است [5-۸]. استحکام سوپرآلیاژها به‌اندازه، شکل و کسر حجمی رسوب‌های γ' بستگی دارد. علاوه بر این موضوع انرژی کرنشی الاستیک بین رسوب و زمینه و همچنین نرخ جوانه‌زنی که تابع عواملی مانند دمای انحلال و سرعت سردشدن است، بر شکل و تعداد رسوب‌ها تأثیر می‌گذارد؛ بنابراین اطلاع از دمای انحلال و رسوب‌گذاری رسوب‌های γ' برای طراحی سیکل‌های عملیات حرارتی مناسب در شرایط مختلف ضروری است [9]. دراین‌بین، ذرات فاز رسوبی برحسب اندازه، درصد حجمی و دمای تغییر شکل، ممکن است در اثر حرکت نابجایی‌ها برش بخورند یا به‌عنوان محل‌های جوانه‌زنی برای حلقه‌های اوروان (Orowan) عمل کنند و به همین علت ایجاد و توزیع یکنواختی از این فاز در آلیاژ از اهمیت زیادی برخوردار است که این امر از طریق انحلال و رسوب مجدد این فاز با عملیات حرارتی حاصل می‌شود [10]. با وقوع ریزجدایش‌ها پس‌از انجماد، محدوده‌ای از ترکیبات مختلف که از طریق دیاگرام فازی مربوط به سوپرآلیاژ پیش‌بینی‌پذیر است، در مناطق مختلف ریزساختار تشکیل می‌شود. این ریزجدایش‌ها اثر منفی بر اندازه و توزیع رسوبات دارد، بنابراین برای رفع آن‌ها می‌باید از عملیات حرارتی موسوم به عملیات حرارتی همگن‌سازی یا انحلال کامل استفاده کرد [9]. عملیات حرارتی انحلال کامل معمولاً در پژوهش‌های مختلف برای بهبود ریزساختارهای مختلف ازجمله ریزساختار پره مستعمل نیز صورت می‌گیرد؛ بنابراین اطلاع از رفتار انحلالی رسوب‌های فاز γ' می‌تواند برای بهبود این نوع از عملیات‌های حرارتی که نیاز به انحلال کامل دارند نیز بسیار مؤثر باشد.

در تحقیقات انجام‌شده در زمینهٔ بررسی تأثیر دما و زمان در سیکل‌های مختلف عملیات حرارتی بر ریز ساختار سوپرآلیاژها می‌توان به تحقیقات بالیکی (Baliki) و همکاران او [11] بر ریزساختار سوپرآلیاژ IN738LC اشاره کرد. نتایج این تحقیق نشان داد که دستیابی به ساختار همگن و رفع ریزجدایش ها می‌تواند تحت عملیات حرارتی ۱۲۳۵°C/٤h حاصل شود. همچنین مناجاتی و همکارانش [12] در تحقیقات خود بر سوپرآلیاژ U720، دمای انحلال کامل رسوب‌های γ' را ۱۱۵۰°C را به‌دست آورده‌اند. مقالاتی که به صورت مستقیم عملیات حرارتی سوپرآلیاژ GTD-111 را بررسی کرده‌اند، اندک است. ونگ (Wang) و همکارانش [13] دماها و زمان های مختلف عملیات حرارتی را برای نمونهٔ GTD-111 که در ابتدا تحت عملیات حرارتی استاندارد قرارگرفته است، بررسی کردند. آن‌ها دما و زمان‌های ۱۲۲۵°C/٦h و ۱۲۵۰°C/۲h را برای انحلال کامل γ' با این شرایط اولیه گزارش کردند. ترکسلر (Trexler) و همکارانش [14] نیز نشان دادند که در سوپرآلیاژ GTD-111، عملیات حرارتی در دمای ۱۲۰۰°C، منجر به انحلال کامل رسوب‌های γ' شده و ریزساختار همگن می‌شود. سجادی و همکارانش نیز به بررسی دما و زمان پیرسازی و

سرعت سردشدن بر ساختار نهایی این آلیاژ پرداخته‌اند [4]. باتوجه‌به ریختگی‌بودن آلیاژ GTD-111 و وجود ساختاری شدیداً دندریتی که موجب یکنواخت‌نشدن ترکیب شیمیایی مغزدندریت و بین دندریت می‌شود، هدف این مقاله نیز تعیین دما و زمان مطلوب انحلال کامل γ' اولیه در سوپرآلیاژ پلی‌کریستال ریختگی GTD-111 با تمرکز به رفتار انحلال رسوب‌های γ' اولیه در مغزدندریت و بین دندریت است که داده‌های مؤثری را برای همگن‌سازی این سوپرآلیاژ ارائه خواهد کرد.

مواد و روش تحقیق

نمونه‌های آزمایشگاهی به‌کار گرفته‌شده در این تحقیق از یک شمش ریخته‌گری‌شده از جنس سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 تهیه شد. این شمش در خلأ با استفاده از کورهٔ ذوب القایی (VIM) ذوب و ریخته‌گری شده است. از شمش یادشده بعد از ریختگی، بدون انجام هرگونه عملیاتی، مستقیماً برای انجام عملیات حرارتی انحلالی استفاده شد و نمونه‌های مورد نیاز با ابعاد تقریباً یکسان (۵×۱۰×۱۵ میلی‌متر) با استفاده از دستگاه وایرکات جدا شد. ترکیب شیمیایی شمش ریختگی GTD-111 با استفاده از دستگاه کوانتومتر آزموده شد. ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ استفاده‌شده در این تحقیق در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ GTD-111 (درصد وزنی)

عنصر آلیاژی	درصد	عنصر آلیاژی	درصد
Cr	۱۳/۵	Al	۳/۲
Co	۹/۹	Ti	٤/۸
Mo	۱/۳	Ta	۲/۹
W	۱/۵	C	۰/۱
Ni	مابقی	B	۰/۰۱

برای تعیین دمای شروع و پایان انحلال رسوب γ' در نمونه ریختگی سوپرآلیاژ GTD-111، آزمون آنالیز حرارتی هم‌زمان (STA) با استفاده از دستگاه Bahr آلمان مدل STA504 از دمای محیط تا دمای ۱۳۰۰°C با سرعت ۲۰°C/min انجام شد. باتوجه‌به نتایج به‌دست‌آمده از این آزمون، دماهای مختلفی برای انجام عملیات حرارتی انتخاب شدند. نمونه‌های ریختگی تهیه‌شده از سوپرآلیاژ GTD-111 طبق سیکل‌های عملیات حرارتی طراحی‌شده در جدول ۲ در کورهٔ مقاومتی الکتریکی با نام تجاری CARBOLITE مدل CWF1300 حرارت‌دهی شدند. کوره تا دمای مدنظر گرم شد و سپس نمونه در آن قرار گرفت و به‌مدت لازم حرارت‌دهی شد. نمونه‌های متالوگرافی پس از آماده‌سازی سطح به‌روش الکتروشیمیایی حکاکی شدند. در حکاکی الکتروشیمیایی نمونه‌ها در محلول حاوی ۱۷۰میلی‌لیتر H_3PO_4، ۱۰میلی‌لیتر H_2SO_4 و ١٦گرم $CuCrO_3$ قرار گرفتند. برای انجام حکاکی الکتروشیمیایی از یک دستگاه مولد جریان مستقیم آزمایشگاهی با نام تجاری Megatak مدل MP–۳۰۰۵ با دقت تنظیم ولتاژ ۰/۱V± و آمپر ۰/۰۱ A± استفاده شد.

جدول ۲ سیکل‌های عملیات حرارتی اعمال‌شده بر سوپرآلیاژ GTD-111

محیط سردکننده	زمان انحلال (دقیقه)				دمای انحلال (°C)
AC	۲٤۰	۱۸۰	۱۲۰	٦۰	۱۱۰۰
AC	۲٤۰	۱۸۰	۱۲۰	٦۰	۱۱۲۰
AC	۲٤۰	۱۸۰	۱۲۰	٦۰	۱۱۵۰
AC	۲٤۰	۱۸۰	۱۲۰	٦۰	۱۱۸۰
AC	۲٤۰	۱۸۰	۱۲۰	٦۰	۱۲۰۰
AC	–	–	–	٤۰	۱۲۳۰

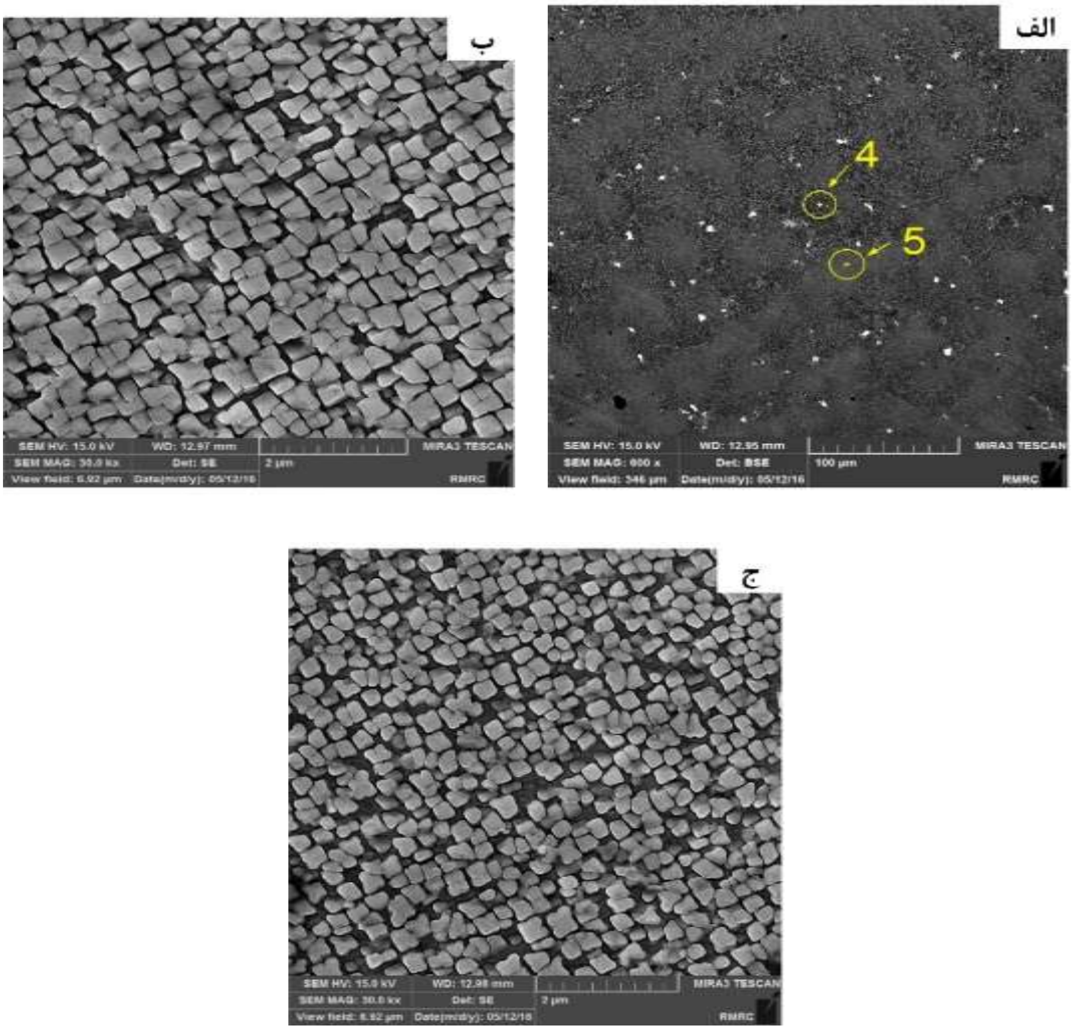
نمونه‌ها پس از حکاکی، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به‌نام تجاری VEGA TESCAN و میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) به‌نام MIRA3 TESCAN بررسی شدند. همچنین برای اندازه‌گیری کسر حجمی، دانسیته و اندازه رسوبات γ' از نرم‌افزار آنالیز تصویر کلمکس (Clemex) استفاده شد.

برای بررسی تغییرات سختی نمونه‌های عملیات حرارتی‌شده، آزمایش‌های سختی‌سنجی به روش ویکرز و در مقیاس میکرو با نیروی ۵۰گرم و مدت بارگذاری ۱۰ثانیه انجام شد.

نتایج و بحث

ریزساختار اولیه سوپرآلیاژ ریختگی GTD_111

ریزساختار اولیه سوپرآلیاژ ریختگی GTD-111 به‌شدت غیریکنواخت و متشکل از الگوهای جدایش دندریتی بود و جدایش‌های مغزه‌ای زیادی نیز در آن وجود داشت. اندازهٔ میانگین رسوب‌های γ' در نواحی بین دندریت درشت‌تر از رسوب‌های نواحی مغزدندریت بود. شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی FESEM ریزساختار آلیاژ ریختگی استفاده‌شده را نشان می‌دهد. در شکل ۱– الف ناحیهٔ بین دندریت با شمارهٔ ٤ و ناحیهٔ مغزدندریت با شمارهٔ ۵ مشخص‌شده است. در این شکل همچنین رسوبات سفیدرنگی دیده می‌شود که کاربید است و باتوجه‌به مرفولوژی آن‌ها و این‌که نمونه ریختگی است، از نوع کاربید MC است. شکل ۱–ب رسوبات ناحیهٔ بین دندریت و شکل ۱–ج رسوبات ناحیهٔ مغزدندریت با بزرگ‌نمایی بیشتر را نشان می‌دهد. در نمونهٔ آلیاژ ریختگی اندازهٔ رسوب‌های γ' اولیه در نواحی بین دندریت ۵۲۱نانومتر و دانسیته آن ۵/۹رسوب در یک میکرومترمربع از سطح (μm^2/رسوب) و در نواحی مغزدندریت اندازهٔ ۳٦٤نانومتر و دانسیته (μm^2/رسوب) ٦/۳ محاسبه شدند.



شکل ۱ تصویر FESEM از ریزساختار اولیه سوپرآلیاژ ریختگی GTD-111، (الف) ساختار دندریتی، (ب) رسوبات γ' ناحیه بین دندریت مشخص‌شده با شماره ٤ و (ج) رسوبات γ' ناحیه مغزدندریت با شماره ۵ مشخص‌شده است

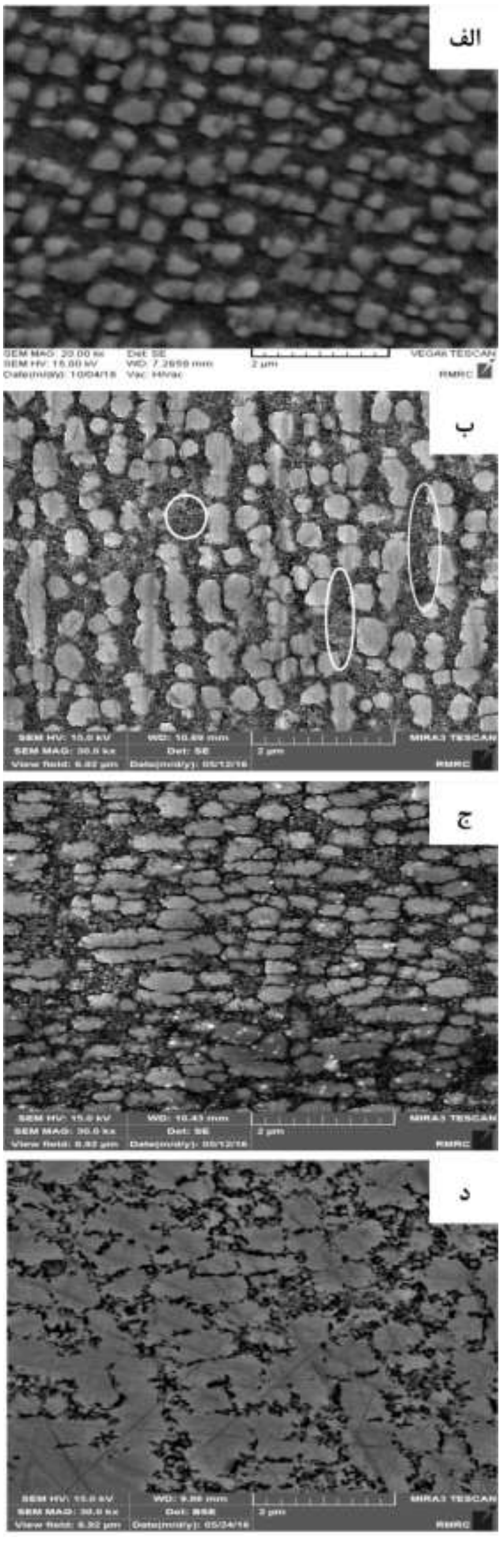
بررسی تأثیر دما و زمان انحلال بررفتار رسوب γ'

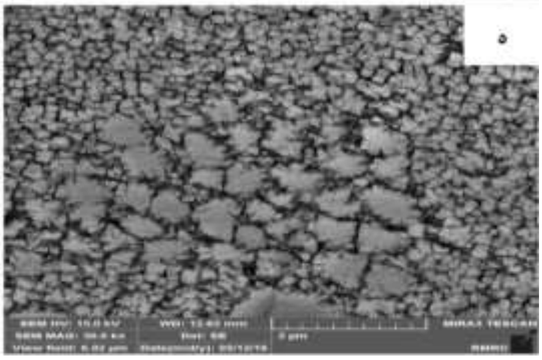
ریزساختار اولیه سوپرآلیاژ ریختگی، ساختاری دندریتی است، رسوبات γ' اولیه در حین انجماد ایجادشده و تحت‌تأثیر نحوهٔ سرمایش از مذاب است. γ' در ساختار ریختگی به‌دلیل انجماد غیرتعادلی، مورفولوژی و کسرحجمی مطلوب را ندارد [15]. ازاین‌رو تأثیر افزایش دمای انحلال بر رفتار رسوب‌های γ'، تغییرات اندازهٔ رسوب‌های γ'، تغییر مورفولوژی و دانسیته آن‌ها در نواحی مغزدندریت و بین دندریت بررسی شدند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های تحت عملیات حرارتی در دماهای مختلف و زمان ثابت ۲ساعت از نواحی بین دندریت و مغزدندریت به‌ترتیب در شکل‌های ۲ و ۳ نشان داده شده‌اند. تمام نمونه‌ها پس از عملیات حرارتی در هوا سرد شدند. رسوب‌های γ' اولیه پس از عملیات حرارتی با اندازه، مورفولوژی و توزیع متفاوت نسبت به حالت اولیه در ساختار مشاهده شده است که به آن‌ها رسوب‌های γ' باقی‌مانده گفته می‌شود [16].

در ریزساختار شکل ۲-الف مورفولوژی رسوب‌های γ' ناحیهٔ بین دندریتی نمونه پس از عملیات حرارتی ۱۱۰۰℃/۲h/AC دیده می‌شود. رسوب‌های γ' باقی‌مانده در نواحی بین دندریت نسبت به نمونهٔ اولیه درشت شده‌اند. در این تصویر دیده می‌شود که رسوب‌های γ' باقی‌مانده، در یک امتداد منظم شده‌اند، این رسوب‌ها مورفولوژی مکعبی بی‌نظم به خود می‌گیرند. متوسط اندازهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده در ناحیه بین دندریت نسبت به نمونهٔ اولیهٔ ریختگی تا ۵۳۹nm افزایش، و دانسیتهٔ آن‌ها نیز به (μm2/رسوب) ۳ کاهش می‌یابد. باتوجه‌به افزایش اندازه رسوب‌های γ' و کاهش دانسیتهٔ آن‌ها، رفتار درشت‌شدن و انحلال رسوب‌ها در ناحیه بین دندریت اتفاق می‌افتد.

رسوب‌های γ' باقی‌مانده در ناحیهٔ مغزدندریت نیز شروع به درشت‌شدن می‌کنند و مورفولوژی آن‌ها مانند رسوب‌های بین دندریتی به مکعبی بی‌نظم تغییر می‌کند. از شکل ۳-الف و داده‌های اندازه‌گیری‌شده می‌توان دریافت که متوسط اندازهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده در مغزدندریت تا ۳۸۹nm افزایش و دانسیتهٔ آن‌ها به (μm2/رسوب) ۳ در مقایسه با نمونهٔ اولیه کاهش یافته است. به‌طورکلی در عملیات حرارتی ۱۱۰۰℃/۲h/AC تغییر مورفولوژی رسوب‌های γ' در هردو ناحیهٔ مغزدندریت و بین دندریت به‌صورت مکعبی و درحال درشت و نامنظم‌شدن است و در برخی نواحی در یک راستا مرتب‌شده‌اند. همچنین کاهش دانسیتهٔ رسوب‌های γ' نیز در این شرایط مشاهده می‌شود. افزایش فاصله بین رسوب‌های γ' یا همان افزایش نواحی انحلال‌یافته γ' را می‌توان ناشی از بالاتربودن این دما از دمای شروع انحلال γ' دانست. همچنین به‌دلیل پایین‌بودن دما از دمای انحلال کامل رسوب‌های γ'، رسوب‌های باقی‌مانده به‌طور جزئی انحلال یافته‌اند [13].

همان‌طور که در شکل‌های ۲ و ۳ ملاحظه می‌شود، با افزایش پیوستهٔ دمای انحلال، نواحی انحلال‌یافتهٔ γ'های اولیه در بین دندریت و مغزدندریت افزایش یافته است. در شکل ۲-ب و ۳-ب با افزایش دمای انحلال تا ۱۱۲۰℃/۲h/AC به‌ترتیب در ناحیهٔ بین دندریت و مغزدندریت آگلومره‌شدن رسوب‌های γ' و درنتیجه تغییر مورفولوژی این رسوب‌ها از مکعبی به بیضی مشاهده می‌شود. فاصله بین رسوب‌های γ' بیشتر می‌شود و این ناشی از بالاتربودن دما از دمای شروع انحلال γ' است. درنتیجه حل‌شدن رسوب‌های کوچک‌تر، غلظت اتم‌های حل‌شونده نیز در زمینه افزایش می‌یابد. پس از عملیات ۱۱۲۰℃/۲h/AC اندازه متوسط قطر رسوب‌های γ' باقی‌مانده در ناحیه مغزدندریت ۳۹۵nm نسبت به نمونهٔ اولیهٔ ریختگی درشت‌تر شده و دانسیتهٔ این رسوب‌های γ' به (μm2/رسوب)۳ کاهش یافته است. در این شرایط نیز درشت‌شدن رسوب γ' دیده می‌شود، اما کاهش دانسیتهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده حاکی از انحلال در مغزدندریت است. رسوب‌های γ' در ناحیه بین دندریت تا اندازهٔ ۵۸۹nm درشت‌تر شده و دانسیتهٔ آن‌ها نسبت به نمونهٔ اولیه تا (μm2/رسوب)۲/۷ کاهش یافته است. بدین ترتیب درشت‌شدن رسوب‌های γ' در ناحیه بین دندریت نیز مشاهده می‌شود.

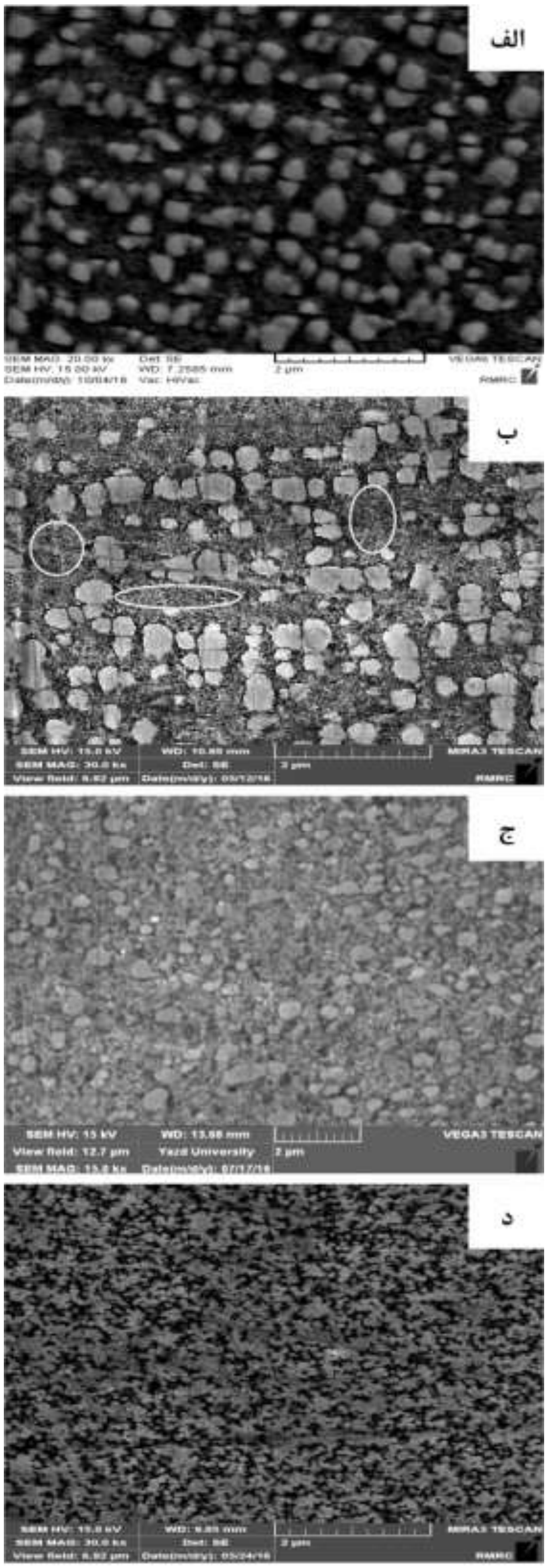


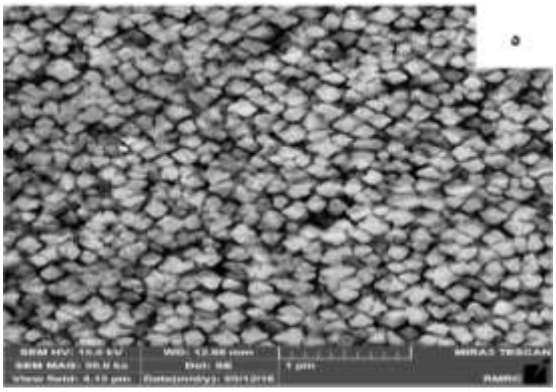


شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی رسوب‌های γ' در بین دندریت پس از عملیات حرارتی در زمان ۲ساعت در دماهای: (الف) ۱۱۰۰°C، (ب) ۱۱۲۰°C، (ج) ۱۱۵۰°C، (د) ۱۱۸۰°C و (ه) ۱۲۰۰°C

در شکل‌های ۲–ب و ۳–ب رسوب‌های بسیار ریز γ' نانومتری در اطراف رسوب‌های γ' باقی‌مانده مشاهده می‌شوند. در طی حرارت‌دهی و انحلال رسوب‌های γ'، عناصر آلیاژی حل‌شده وارد زمینه می‌شوند. هرچه دمای انحلال بیشتر باشد، عناصر آلیاژی حل‌شده در زمینه بیشتر و غلظت جاهای خالی اتم در زمینه بیشتر و امکان جوانه‌زنی رسوب‌های جدید بیشتر می‌شود. با سردشدن در هوا امکان جوانه‌زنی رسوب‌های γ' بیشتر از رشد آن‌ها می‌شود، بنابراین رسوب‌های γ' ریزکروی تشکیل می‌شوند [۱۷،18]. همان‌طور که محققان دیگر نیز به این نکته اشاره کرده‌اند، تعداد جاهای خالی می‌تواند در سینتیک نفوذ مؤثر باشد و آن را افزایش دهد؛ از طرفی برای تشکیل یک جوانهٔ رسوب مثل رسوب γ' لازم است عناصر آلیاژی مربوطه با نفوذ کنارهم قرار گیرند. همچنین جاهای خالی باعث افزایش انرژی می‌شود، بنابراین افزایش تعداد جاهای خالی بر تشکیل و رشد رسوبات مؤثر است [۱۷،18]. انحلال جزئی رسوب‌های γ' اولیه در دماهای کمتر از دمای انحلال کامل باعث ورود حجم زیادی از عناصر به زمینه و فوق‌اشباع‌شدن آن نمی‌شود، ازاین‌رو رسوب‌های γ' امکان رسوب در اندازهٔ بزرگ‌تر را در حین سردشدن ندارند و به‌صورت رسوب‌های γ' بسیار ریزنانومتری تشکیل می‌شوند. رسوب‌های γ' کروی ریزنانومتری، رسوب‌های تشکیل‌شده در حین سردشدن (Cooling Precipitation) نامیده می‌شوند [16]. دور این رسوبات در شکل‌های ۲–ب

و ۳- ب خط سفیدرنگ کشیده شده است.





شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی رسوب‌های γ' در مغزدندریت پس از عملیات حرارتی در زمان ۲ساعت در دماهای: (الف)۱۱۰۰°C، (ب) ۱۱۲۰°C، (ج) ۱۱۵۰°C، (د) ۱۱۸۰°C و (ه) ۱۲۰۰°C

در شکل‌های ۲-ج و ۳-ج ریزساختار پس از عملیات ۱۱۵۰°C/۲h/AC نشان داده شده است. بعد از افزایش دما تا دمای ۱۱۵۰°C، رسوب‌های γ' باقی‌مانده در ناحیه مغزدندریت با مورفولوژی کروی تا ٤٥٠nm نسبت به نمونهٔ ریختگی و نمونه‌های قرارگرفته در دماهای کمتر، درشت شده‌اند. هم‌چنین فاصلهٔ بین رسوب‌های γ' باقی‌مانده افزایش یافته است. دانسیتهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده به (رسوب/μm^2) ۲ کاهش یافته است که بیانگر حاکم‌بودن رفتار انحلال رسوب‌های γ' در مغزدندریت است. مطابق شکل ۲-ج، در نواحی بین دندریت، رسوب‌های γ' دارای مورفولوژی گُل‌مانند (Flower-Like Morphology) هستند. در حین عملیات انحلال در دماهای کمتر از دمای انحلال کامل، برخی رسوب‌ها کامل و برخی به‌طور جزئی حل می‌شوند و از مورفولوژی مکعبی به مورفولوژی پیچیده تغییر می‌کنند. همان‌طور که در حین سردشدن، دما از دمای کمتر از انحلال کامل کاهش می‌یابد، رسوب‌های γ' کاملاً حل نمی‌شوند ولی غلظت عناصر حل‌شده در زمینه بیشتر می‌شود و از طریق مکانیزم نفوذ جریان جرم (Diffusion Mass Flow Mechanism) رسوب‌ها شروع به رشد می‌کند. مورفولوژی گل‌مانند در اثر جوانه‌زنی رسوب‌های γ' تشکیل‌شده در حین سردشدن بر روی سطح رسوب‌های γ' باقی‌مانده شکل می‌گیرد. به‌طوری‌که سطح رسوب‌های γ' باقی‌مانده پوشیده

از جوانه‌های جدید می‌شود [13,19]. محاسبات کمی در این دما نشان می‌دهد که در نواحی بین دندریت، اندازهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده ٦١٢nm و دانسیتهٔ (µm²/رسوب)۲/۷ است که این موضوع حاکی از درشت‌شدن رسوب‌های γ' باقی‌مانده در این شرایط است.

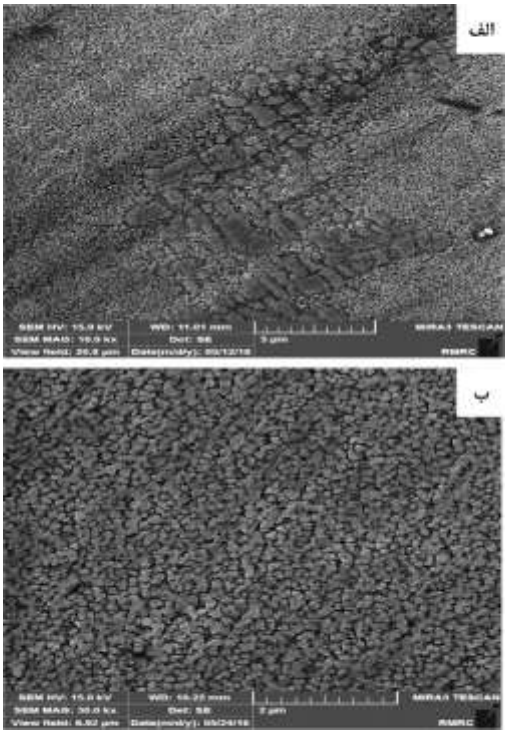
بعد از عملیات حرارتی ۱۱۸۰℃/۲h/AC رسوب‌های γ' اولیه در نواحی مغزدندریت به‌طور کامل حل شده‌اند و فقط رسوب‌های γ' تشکیل‌شده در حین سردشدن در ریزساختار این نواحی حضور دارند. انحلال کامل رسوب‌های γ' اولیه در نواحی مغزدندریت در این دما در شکل ۳–د نشان داده شده است، اما در ناحیه بین دندریت رسوب‌های γ' باقی‌مانده با بیشترین اندازه، ۸۹۸nm، نسبت به نمونهٔ اولیه و نمونه‌های قرارگرفته در عملیات انحلال در دماهای پایین‌تر و با دانسیتهٔ (µm²/رسوب) ۱/۳ هنوز حضور دارند. دمای ۱۱۸۰℃/۲h/AC توانایی انحلال کامل رسوب‌های γ' اولیه در ناحیهٔ بین دندریت را ندارد. باتوجه‌به اینکه در حین انجماد پدیده مغزه‌ای‌شدن اتفاق می‌افتد، بدیهی است که ترکیب شیمیایی در مغزدندریت و نواحی بین دندریت متفاوت باشد. این تفاوت در ترکیب شیمیایی این ۲ موضع می‌تواند بر حلالیت رسوبات مؤثر باشد، بنابراین موجب تسریع در انحلال رسوبات مغزدندریت نسبت به رسوبات بین دندریت شود.

باوجود افزایش اندازهٔ رسوب‌های γ' در نواحی بین دندریت پس از عملیات انحلال در دمای ۱۱۸۰℃، کاهش دانسیتهٔ رسوب‌های γ' نیز ملاحظه می‌شود. باتوجه‌به این کاهش چشمگیر دانسیتهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده، رفتار انحلال بر رسوب‌های γ' در ناحیه بین دندریت حاکم است. انحلال γ'، پیوسته موجب افزایش فوق اشباعیت زمینه و کاهش میدان کرنش الاستیک می‌شود [13]. درنتیجه رسوب‌گذاری و جوانه‌زنی رسوب‌های جدید با مورفولوژی کروی زیاد است.

شکل‌های ۲–ه و ۳–ه ریزساختار نمونهٔ پس از عملیات در دمای ۱۲۰۰℃ را نشان می‌دهند. در عملیات ۱۲۰۰℃/۲h/AC در مغزدندریت رسوب‌های درشت کاملاً در زمینه حل شده‌اند و به‌واسطهٔ افزایش فوق‌اشباعیت زمینه، رسوب‌های γ' تشکیل‌شده در حین سردشدن نسبت به رسوب‌های تشکیل‌شده در نمونهٔ ۱۱۸۰℃/۲h/AC بزرگ‌تر شده و مورفولوژی شبه‌کروی به خود گرفته است، اما در نواحی بین دندریت اندازهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده تا ٦٧٥nm کوچک شده و دانسیتهٔ آن‌ها نیز به (µm²/رسوب) ۱ کاهش یافته است. درنتیجه می‌توان گفت که انحلال رسوب‌ها در نواحی بین دندریت نیز حاکم بوده است. با افزایش دمای انحلال، رسوب‌های γ' باقی‌مانده بین دندریتی به‌علت جدایش عناصر آلیاژی و تغییر در الگوی انجمادی درشت‌تر و خشن‌تر می‌شوند.

شکل ٤–الف ریزساختار سوپرآلیاژ GTD-111 پس از عملیات حرارتی ۱۲۰۰℃/٤h/AC را نشان می‌دهد. در این شکل حضور فاز γ' باقی‌مانده نشانهٔ ناتوانایی انحلال کامل γ' اولیه در دمای ۱۲۰۰℃است. همان‌طور که مطالعات ناطق و صفری [20] بر روی Rene80 نشان می‌دهد، دمای ۱۲۰٤℃ رسوبات مکعبی ریختگی کاملاً حل نشده‌اند. تحقیق رحیمی و همکارانش [۲۱] نیز بر روی IN100 نشان داد که دمای ۱۲۱۰℃ توانایی انحلال کامل γ'های ریختگی را ندارد. علت حل‌نشدن کامل در نواحی بین دندریت، درحالی‌که رسوبات مغزدندریت حل شده‌اند، می‌تواند نخست به‌علت ریزتربودن رسوبات γ' اولیه در مغزدندریت و سپس به‌دلیل اختلاف در ترکیب شیمیایی زمینه در مغزدندریت و بین دندریت به‌علت مغزه‌ای‌شدن باشد. بنابراین برای انحلال کامل‌تر، نمونه‌ها در دمای بالاتر (دمای ℃ ۱۲۳۰) به‌مدت ٤۰ دقیقه قرار گرفتند تا همگن‌سازی آلیاژ از لحاظ دستیابی به میزان بالاتر انحلال فازهای γ' اولیه و یوتکتیک حاصل شود. نتایج این عملیات در شکل ٤–ب نشان‌دهنده این است که پس از اعمال عملیات حرارتی ۱۲۳۰℃/٤۰min/AC، آلیاژ ساختار یکنواخت درخورتوجه‌تری نسبت به سیکل‌های قبلی حاصل کرده است. همچنین باتوجه‌به تصویر شکل ٤–ب مشخص شد که ذراتγ' اولیه کاملاً در زمینه حل شده و تعداد و اندازهٔ فازهای یوتکتیک نیز در این شرایط به‌دلیل انحلال بیشتر در این دما تا حد زیادی کاهش یافته‌اند.

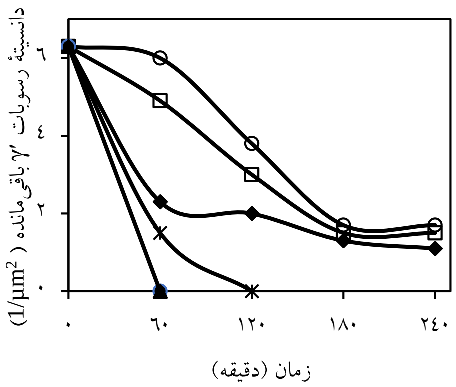
باتوجه‌به اینکه در زمان‌های ٤ساعت نیز روند انحلال رسوبات مثل ۲ساعت بوده است، تصاویر زمان‌های بیش از ۲ساعت در دماهای کمتر از ۱۲۰۰ حذف شده‌اند. البته برای دمای ۱۲۰۰ به‌مدت ٤ساعت نتایج آورده شده است که باز بیانگر حل‌نشدن کامل بود. در دماهای بالاتر از ۱۲۰۰ نیز فقط آزمایش در دمای ۱۲۳۰ °C و در زمان‌های ٤۰دقیقه و ٦۰دقیقه در عملیات حرارتی قرار گرفت و بعد از بررسی تصاویر FESEM نتایج نشان داد که در دمای ۱۲۳۰ °C و زمان ٤۰دقیقه رسوب γ' اولیه‌ای در ساختار مشاهده نشده است؛ از این رو که دما و زمان بهینه مدنظر بوده است، زمان ٤۰دقیقه به‌عنوان زمان مطلوب پیشنهاد می‌شود.



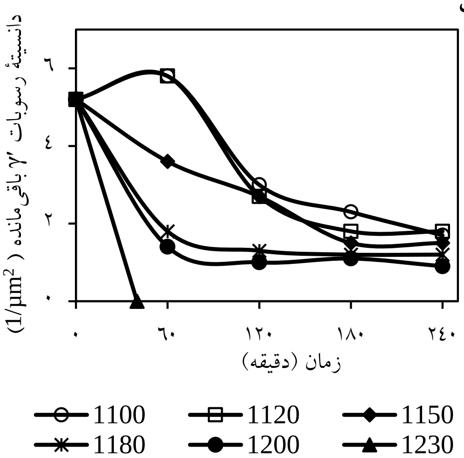
شکل ٤ تصویر FESEM (الف) نمونهٔ بعد از ۱۲۰۰°C/٤h، ۱۲۳۰°C/٤۰ min(ب)

شکل ۵ نمودار تغییرات دانسیتهٔ ذرات در سطح واحد 1µm2 برحسب زمان (دقیقه) در دماهای عملیات حرارتی مختلف را نشان می‌دهد. ملاحظه می‌شود که مقدار ذرات γ' باقی‌مانده در سطح واحد $1\mu m^2$ با افزایش زمان کاهش می‌یابد. مطابق شکل ۵-الف، در مغزدندریت تعداد ذرات γ' باقی‌مانده در دمای ۱۱۸۰°C بعد از ۲ساعت به صفر می‌رسد. همان‌طور که در شکل ۵-ب مشاهده می‌شود، در نواحی بین دندریت نیز رسوب‌ها روند کاهش تعداد در سطح $1\mu m^2$ را نشان می‌دهند.

الف



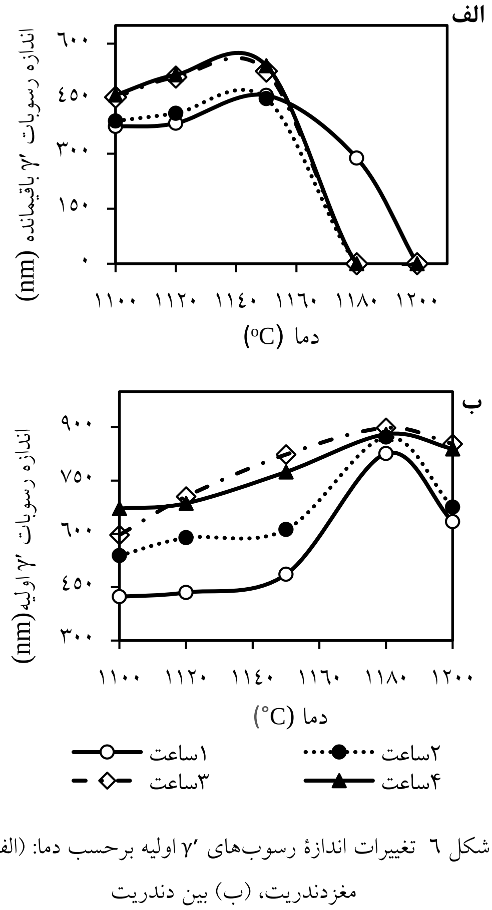
ب



شکل ۵ تغییرات دانسیتهٔ رسوب‌های γ' اولیه برحسب زمان: (الف) مغزدندریت، (ب) بین دندریت

شکل ۵ نشان می‌دهد تا ۳ساعت دانسیتهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده به کمترین مقدار می‌رسد و بعد از آن ثابت می‌ماند. می‌توان دریافت که سرعت انحلال رسوب‌های γ' اولیه در زمینه تا ۳ساعت سریع بوده است و رسوب‌های بیشتری در زمینه حل شده‌اند و پس از ۳ساعت انحلال رسوب‌ها ثابت می‌ماند. درواقع فرایند انحلال رسوب‌ها، تعادل ترمودینامیکی بین انحلال و رسوب‌گذاری است که در یک سمت این تعادل، انحلال رسوب‌های γ' اولیهٔ کوچک رخ می‌دهد و در

سمت دیگر رسوب‌گذاری γ' از طریق مهاجرت و پیوستن عناصر آلیاژی رسوب‌های ریز به γ' اولیهٔ بزرگ قرار گرفته است. این فرایند تا جایی پیش می‌رود که تعادل بین این اجزا در شرایط ترمودینامیکی موجود برقرار می‌شود و پس‌ازآن تقریباً تغییر محسوسی در مقدار این اجزا و اندازه آن‌ها مشاهده نمی‌شود. در شکل ٦ تغییرات اندازهٔ رسوب‌های γ' باقی‌مانده برحسب دما در زمان‌های ثابت در نواحی مغزدندریت (شکل ٦–الف) و بین دندریت (شکل ٦–ب) رسم شده است. در نمودار مربوط به داده‌های مغزدندریت قابل‌ملاحظه است که در زمان ثابت با افزایش دما تا ۱۱۵۰°C رسوب‌های γ' باقی‌مانده درشت و پس‌ازآن نیز حل می‌شوند. در عملیات حرارتی ۱۱۵۰°C/۲h/AC نهایت درشت‌شدن رسوب‌های γ' باقی‌مانده اتفاق می‌افتد. در نواحی بین دندریت نیز تا دمای ۱۱۸۰°C درشت‌شدن ادامه دارد و پس‌ازآن در ۱۲۰۰°C رسوب‌ها حل می‌شوند.



شکل ٦ تغییرات اندازهٔ رسوب‌های γ' اولیه برحسب دما: (الف) مغزدندریت، (ب) بین دندریت

بررسی تأثیر دما و زمان انحلال بر میکروسختی

رسوب‌های γ' مهم‌ترین عامل استحکام‌بخش زمینه γ هستند. استحکام حاصل از رسوب‌های γ' به‌اندازه، کسر وزنی، مورفولوژی و توزیع آن‌ها بستگی دارد [۲۲]. رسوب‌های مکعبی γ' با توزیع یکنواخت در زمینه γ باعث افزایش استحکام زمینه می شوند. اصولاً ۲مکانیزم عمده در برخورد نابجایی‌ها به رسوب‌های γ' حاکم است:

۱. مکانیزم برش ذرات γ' در زمان عبور نابجایی از آن‌ها؛
۲. مکانیزم دورزدن ذرات γ' در برخورد نابجایی با آن‌ها.

وقتی رسوب‌ها مورفولوژی مکعبی دارند، بین رسوب و زمینه ناهم‌سیمایی کمی وجود دارد. برخورد نابجایی با آن‌ها همراه با برش رسوب‌ها است. ازآنجایی‌که برش رسوب‌ها به انرژی بیشتری نسبت به دورزدن و مکانیزم حلقه نیاز دارد، استحکام نمونه بیشتر می‌شود. بررسی تأثیر دما بر تغییر مورفولوژی رسوب‌ها نشان داد که با افزایش دمای عملیات انحلال، مورفولوژی آن‌ها به مکعبی بی‌نظم و بیضی تغییر کرد. بنابراین انتظار می‌رود با افزایش دما میکروسختی در نواحی مغزدندریت و بین دندریت کاهش یابد.

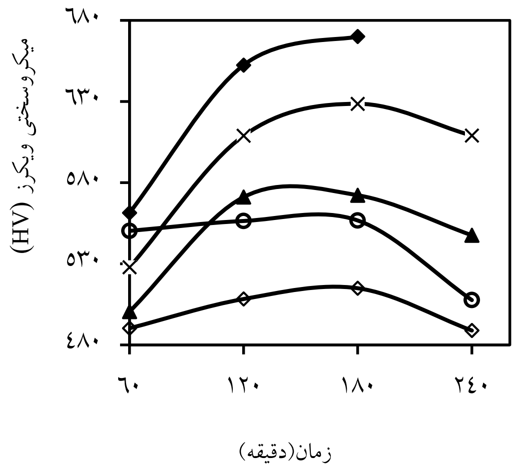
شکل ۷ تغییرات سختی ویکرز در مقیاس میکرو در نواحی مغزدندریت و بین دندریت را نشان می‌دهد. میکروسختی در نواحی مغزدندریت و بین دندریتی از نواحی تجمع رسوب‌های γ' گرفته شده است. همان‌طور که در شکل ۷ دیده می‌شود، تغییرات سختی متناسب با افزایش دما تغییر نمی‌کند. بیشترین سختی در دمای ۱۲۰۰°C و کمترین سختی نیز در دمای ۱۱۲۰°C در هر ۲ناحیه به‌دست آمده است. همچنین در شکل ۸ نیز کسرحجمی رسوب‌های γ' (باقی‌مانده و تشکیل‌شده طی سردشدن) در این نواحی مشاهده می‌شود.

از بررسی و مقایسه میکروسختی و کسر حجمی رسوب‌های γ' (به‌ترتیب شکل‌های ۷ و ۸) می‌توان دریافت که انحلال بیشتر رسوب‌های γ' اولیه و درنتیجه افزایش کسرحجمی رسوب‌های تشکیل‌شده طی سردشدن و کاهش فاصله بین رسوب‌های موجود در زمینه باعث افزایش میکروسختی رسوب‌های γ' می‌شود. دمای ۱۱۲۰°C دمای

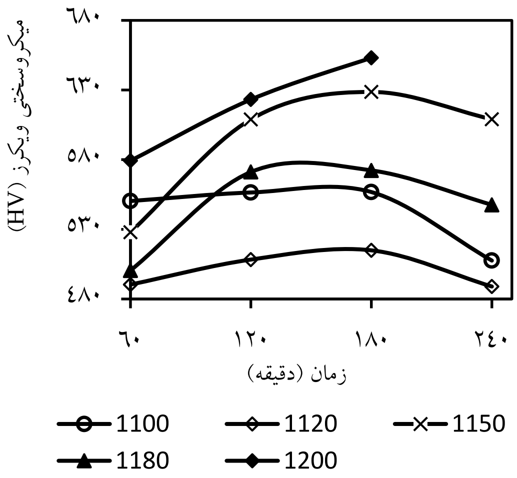
انحلال جزئی رسوب‌های γ' است و در این دما رسوب‌های اولیه به‌طور جزئی حل می‌شوند. فاصله بین رسوب‌ها نسبت به دمای ۱۱۰۰°C که رسوب‌ها اندک انحلال یافته‌اند، بیشتر می‌شود و غلظت عناصر حل‌شونده به‌حدی نیست که در زمینه رسوب کنند. در این دما کمترین میکروسختی به‌دست آمده است.

لازم‌به‌ذکر است بعد از عملیات ۱۲۰۰°C/٤h و ۱۲۳۰°C/٤٠min تفکیک ناحیه مغزدندریت و بین‌دندریت با میکروسکوپ نوری دستگاه میکروسختی بسیار مشکل است.

الف

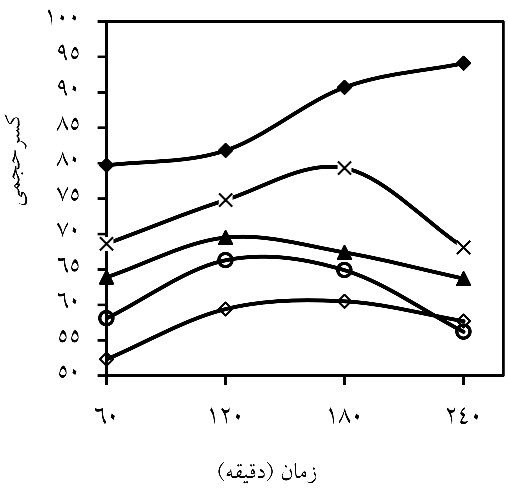


ب

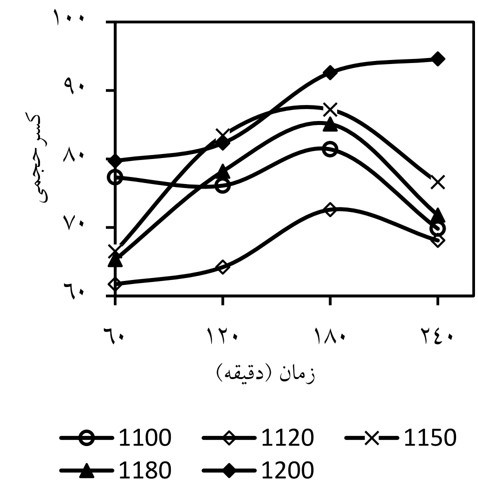


شکل ۷ منحنی تغییرات سختی ویکرز در مقیاس میکرو در: (الف) مغزدندریت، (ب) بین دندریت

الف



ب



شکل ۸ تغییرات کسرحجمی رسوب‌های γ' در نواحی: (الف) مغزدندریت، (ب) بین دندریت

نتیجه‌گیری

عملیات حرارتی انحلال در سوپرآلیاژ GTD-111 نشان داد که:

۱. طی عملیات حرارتی انحلال در زمان ثابت با افزایش پیوستهٔ دمای انحلال، مورفولوژی رسوب‌های γ' اولیه از مکعبی به بی‌نظم و سپس بیضی تغییر می‌کند.

با افزایش دما و افزایش نفوذ عناصر آلیاژی در زمینه، انحلال رسوب‌هایγ' در زمینهٔ γ بیشتر می‌شود و نیز رسوب‌های γ' باقی‌مانده در اثر پیوستن رسوب‌های کوچک‌تر به رسوب‌های بزرگ‌تر یا جوانه‌زنی رسوب‌های جدید بر روی سطح رسوب‌های بزرگ‌تر، اندازهٔ آن‌ها درشت‌تر و تعداد آن‌ها در واحد سطح کمتر می‌شود. همچنین با افزایش دما، رسوب‌های تشکیل‌شده در حین سردشدن نیز افزایش می‌یابند.

۲. رسوب‌های γ' درشت‌تر در بین دندریت در دمای بالاتری حل می‌شوند.

۳. انحلال کامل رسوب‌های γ' اولیه ریختگی در مغزدندریت در دمای ۱۱۸۰ °C و در نواحی بین دندریت در دمای ۱۲۳۰°C رخ می‌دهد.

٤. دما و زمان بهینه و مناسب برای انحلال کامل رسوب‌های γ' اولیه در سوپرآلیاژ GTD-111 دمای ۱۲۳۰°C به‌مدت ٤۰دقیقه و سردشدن در هواست که سبب محوشدن جدایش‌های دندریتی و انحلال کامل رسوب‌های γ' اولیه و همگن و یکنواخت‌شدن رسوب‌های زمینه شده است.

۵. نتایج میکروسختی نشان داد که میکروسختی متناسب با دما تغییر نمی‌کند، بلکه متناسب با کسرحجمی رسوب‌های γ' باقی‌مانده و تشکیل‌شده در حین سردشدن در مغزدندریت و بین دندریت تغییر می‌کند. بیشترین سختی در دمای ۱۲۰۰°C و کمترین در دمای ۱۱۲۰°C به‌دست آمد.

مراجع

1. Ross, E. W., Sims, C. T., "Nickel Base Superalloys, in Superalloy II", John Wiley & Sons Inc., New York, pp. 97-131, (1987).
2. Zhang, F., et al., "Effect of heat treatment on the microstructural evolution of a nickel-based superalloy additive-manufactured by laser powder bed fusion", *Acta Materialia*, Vol. 152, pp. 200-214, (2018).
3. Reed, R. C., "The Superalloys Fundamentals and Applications", *Cambridge University Press, Cambridge*, pp. 14-28, (2006).
4. Paraschiv, A., Matache, G., and Puscasu, C., "The effect of heat treatment on the homogenization of CMSX-4 Single-Crystal Ni-Based Superalloy", *Transportation Research Procedia*, Vol. 29, pp. 303-311, (2018).
5. Wood, M. I., "Gas turbine hot section components: The challenge of residual life assessment, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers", *Part A: Journal of Power and Energy*, Vol. 214, pp. 193–201, (2000).
6. Sajjadi, S. A., Zebarjad, S. M., Guthrie, R. I. L., Isac, M., "Microstructure evolution of high-performance Ni-base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters", *Materials Processing Technology*, Vol. 175, pp. 376-381, (2006).
7. Fan, X., Guo, Z., Wang, X., Yang, J. and Zou, J., "Morphology evolution of γ' precipitates in a powder metallurgy Ni-base superalloy", *Materials Characterization*, Vol. 139, pp.382-389, (2018)

۸. سجادی، س.ع.، باباخانی، ا.، یوسفی ثانی، م.، *«بررسی ریزساختار پره‌های مستعمل ردیف اول توربین گازی و تعیین سیکل عملیات حرارتی مناسب*

برای بازیابی ساختار اولیه آن‌ها»، نشریه مهندسی متالورژی و مواد، سال ۲۱، شماره ۱، صفحات ۱–۱۰، (۱۳۸۸).

9. Daleo, J. A., Wilson, J. R., "GTD111 alloy material study", *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, Vol. 120, pp. 375–382, (1998).
10. Kim, M. T., Chang, S. Y., Won, J. B., "Effect of HIP process on the micro-structural evolution of a nickel-based superalloy", *Materials Science and Engineering: A*, pp. 126-134, (2006).
11. Balikci, E., Raman, A., Mirshams, R.A., "Influence of various heat treatments on the microstructure of polycrystalline IN738LC", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 28A, pp. 1993–2003, (1997).
12. Monajati, H., Jahazi, M., Bahrami, R., Yue, S., "The influence of heat treatment conditions on γ′ characteristics in Udimet 720", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 373, pp. 286-293, (2004).
13. Wang, X., Zhou, Y., Zhao, Z., Zhang, Z., "Effects of Solutioning on the Dissolution and Coarsening of γ′ Precipitates in a Nickel-Based Superalloy", *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 24(4), pp.1492-1504. (2015).
14. Trexler, M. D., Church, B. C., Sanders, T. H., "Determination of the Ni_3(Ti, Al) dissolution boundary in a directionally solidified superalloy", *Scripta materialia*, Vol. 55, pp. 561–564, (2006).
15. Heilmaier, M., Leetz, U., Reppich, B., "Order strengthening in the cast nickel-based superalloy IN100 at room temperature", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 319-321, pp. 375-378, (2001).
16. Hosseini, S. S., Nategh, S., Ekrami, A. A., "Microstructural evolution in damaged IN738LC alloy during various steps of rejuvenation heat treatments", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 512, pp. 340–350, (2012).

۱۷. بهروزقائمی، س.، عبداله‌زاده، ا.، جعفریان، ح.، *«اثر سرعت سردکردن بر اندازه، توزیع و مورفولوژی رسوبات γ′ در یک سوپرآلیاژ پایه نیکل»*، یازدهمین کنگره سالانه انجمن مهندسین متالورژی ایران، (۱۳۸۶).

18. Miura, N., Kondo, Y., Kubushiro, K., Takahashi S., "Change in microstructure at grain boundries with creep deformation polycrystalline nickel-based superalloy IN100 at 1273˚K", *Advanced Materials Research*, Vol. 278, pp. 132-137, (2011).
19. Behrouzghaemi, S., Mitchell, R. J., "Morphological changes of γ′ precipitates in superalloy IN738LC at various cooling rates", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 498, pp. 266–271, (2008).
20. Safari, J., Nategh, S., "On the heat treatment of Rene80 nickel-base superalloy", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 176, pp. 240-250, (2006).

۲۱. رحیمی، ا.، میردامادی، ش.، رضوی، ح.، عباسی م.، *«تأثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100»*، نشریه مهندسی متالورژی و مواد، سال ۲۸، شماره ۱، صفحه ۱–۱۲، (۱۳۹۵).

۲۲. سلیمانی، س.، عبداله‌زاده، ا.، بهروزقائمی، س.، متاله، آ.، صمدی، ا.، *«بررسی فرایند انحلال سوپرآلیاژ U500 و میزان حضور رسوبات نانومتری گاماپرایم پس از انجام انحلال»*، دهمین کنگره سالانه انجمن متالورژی ایران، (۱۳۸۵).